

16 B 681  
(26 B 151)

## 特許公報

特許出願公告  
昭37-9212

公告 昭37.7.25 出願 昭34.7.16 特願 昭34-22799  
 発明者 三宅泰治 倉敷市酒津1625  
 出願人 倉敷レイヨン株式会社 倉敷市酒津1621  
 代理人弁護士 杉村信近 外1名

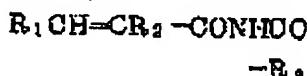
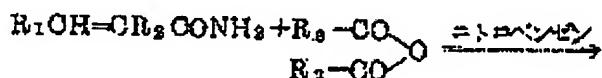
(全1頁)

## アクリル酸イミド類の製造法

## 発明の詳細なる説明

本発明は重合体類製造原料として価値のある文献未載の新規化合物を含むアクリル酸イミド類の製造法に係るものであり、その特徴とする所はアクリル酸アミド又は医療アクリル酸アミドと飽和脂肪酸無水物又は不飽和脂肪族酸無水物とをニトロベンゼンの存在下で反応して結合せしめることにある。

本発明の方法の反応式を示せば次の通りである。



(R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>はH, アルキル基又はアリル基 R<sub>3</sub>はメチル基又はCH<sub>2</sub>-OH-)

この縮合反応にあたり酸無水物はアルコール類又は水の存在により容易にエステル又は遊離酸となり、縮合反応の妨害となるからアルコール又は水の存在は避けねばならぬ。又所謂重合禁止剤としてビニル重合を禁止するハイドロキノン類は酸無水物の存在でエスチル化され、目的とする物質の精製を困難にするために存在を許さない。然るに本発明方法の脱酸結合反応は無水のニトロベンゼンを溶媒としてアクリル酸アミド類の5~30倍、酸無水物をアクリル酸アミド類に対し毎モル以上使用して80~100°Cで5~20時間加熱することによりアクリル酸アミド類の重合を実質上困難を伴うことなく達成せられた。この系に於ても疎結合の重合物が生成されるがこれは過度により容易に分離される。反応母液から浴温100°C以下4mmHg以下の減圧で大部分溶媒を除去し後冷却により目的とする新規化合物類が結晶として分離される。

本発明の合成方法で製造される単量体は何れも重合性であり種々の有用な重合体を得ることができる。

アクリルアミド20gに無水酢酸60g、ニトロベンゼン100ccを加え90±5°Cで7時間総合する。反応液中の塊状重合物を撹拌し浴温100°C以下で減圧下にニトロベンゼンを除く。メタノールベンゼン系より再結晶し、更にベンゼンにて再結晶する。融点100.5°C、エチルエーテル、石油エーテル、ベンゼン、アセトン、アルコール類、水に可溶、酢酸溶液による分子量測定値110、理論値113、元素分析値もよく理論値と一致した。

## 実施例2

## ジアクリル酸アミドの製法

アクリル酸アミド1.5部とアクリル酸無水物3.7部の混合物に精製したニトロベンゼン300cc、脱水ベンゼン1.0部を加え油浴温80~90°Cで6時間加熱通流する。反応後一部析出した微量の塊状デンプン物を撹拌して母液を減圧3mmHg浴温100°Cにてニトロベンゼンの大部分を除去する。母液を冷却し針状無色の結晶を得た。融点178°C

冰酢酸を溶媒とする冰点下降法による分子量測定値122.2で理論値125とよく一致する。

元素分析値は、

C <sub>6</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>2</sub>	C(%)	H(%)	N(%)
実測値	57.87	5.88	11.11
計算値	57.80	5.60	11.20

因みにアクリルアミドの結晶は無色板状、融点84~5°Cその元素分析値は、

$$C(%)=63.1 \quad H(%)=7.04 \quad N(%)=19.7$$

であり本化合物は文献未載の化合物である。このものは加熱により容易に熱重合し樹脂を与える。

## 特許請求の範囲

アクリル酸アミド類と無水酢酸、又はアクリル酸無水物とをニトロベンゼンの存在下で加熱し、脱酸結合を行わしめることを特徴とするアクリル酸イミド誘導体の製造法。